

SOROZATVIZSGÁLATRA ALKALMAS MÓDSZER A NÖVÉNYEK L-ASZKORBINSAV TARTALMÁNAK POLAROGRÁFIÁS MEGHATÁROZÁSÁRA

TÖRÖK ATTILÁNÉ*

Növényi eredetű élelmiszerek L-aszkorbinsav (továbbiakban: AS) tartalmának meghatározásával számos közlemény foglalkozik, mégis szükséges a kérdés további vizsgálata, mivel hasonló típusú vegyületek zavarhatják mind az oxidimetriás, mind a fotometriás méréseket. A papírkromatográfiás meghatározás specifikus, de igen hosszadalmas, mely sorozatvizsgálatoknál hátrányt jelent. A gyakorlati követelmények szempontjából megfelelőnek látszik a polarográfiás módszer alkalmazása.

A tiszta AS polarográfiás viselkedését már 1938-ban tisztázták, és anódos lépcsőjét alkalmasnak találták kvantitatív kiértékelésre [4, 7]. Később különböző természetes eredetű anyagokból történő meghatározási módszereket is leírtak [1, 3, 5, 6]. Foglalkoztak a reduktsavak és a szulfhidril-vegyületek zavaró hatásának kiküszöbölésével is [8, 9].

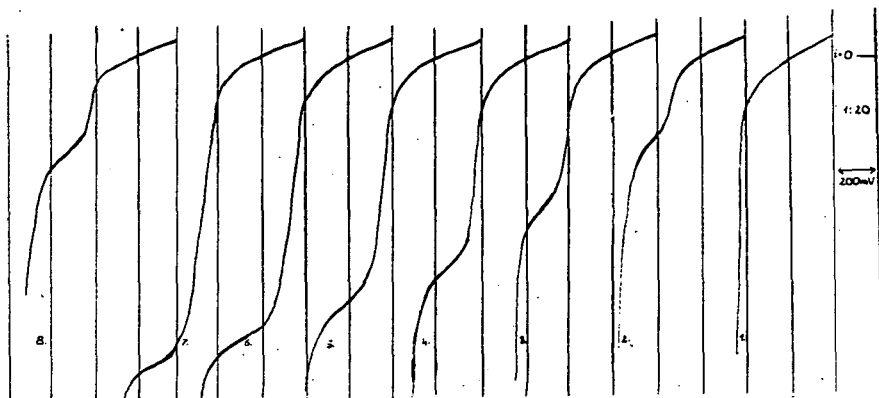
Kísérleti rész

Anyagok, módszerek

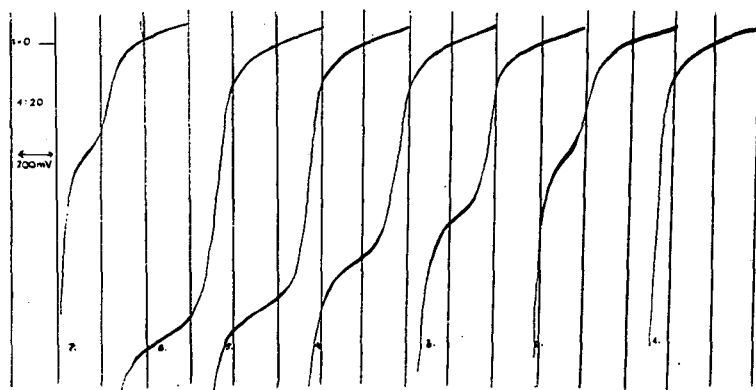
- Pufferoldat (egyben extrahálószer, valamint vezetőelektrolit): 1 mólos ecetsavból és 1 mólos nátrium-acetátból készült oldat, amely oxidációgátlóként nátriumoxalátot tartalmaz, $\text{pH} = 4,7$.
- AS hitelesítő oldat: esetenként frissen készített 20 mg%-os L-aszkorbinsav, a fenti pufferben.
- Maximumgátló: 0,5 n Na_2SO_4 -ban készített 0,5%-os zselatin oldat két cseppje.
- AS-kivonat készítése a vizsgálati anyagból: 10—25 g növényi anyagot taramérlegesen kimértünk, és 10 g tengeri homokkal homogenizáltunk, majd a fenti puffer 25 ml-ével történt 10 perc rázatás után szűrtük.
- Polarogram felvétel körülményei: a polarogramok felvétele LP-55/A típusú fotoregisztrálós polarográfval történt. A katód csepegő higanyelektrod, anódként fenékhiganyt alkalmaztunk. Mérőcella 10 ml-es Novák-edény. A felvételeket $+0,3$ V és $-0,3$ V között végeztük. Érzékenység: 1/20. Csepegési idő: $t = 1,3$ sec, nulla potenciálon, a mérésekhez alkalmazott pufferben mérve. Kifolyási sebesség: 6,6 mg/sec. A polarografált oldat hőfoka: $22 \pm 0,5^\circ\text{C}$.
- Oxigénmentesítés: mivel a klasszikus módszerek szerinti nitrogéngázzal történő oxigénmentesítés mintánként 10 percet vesz igénybe, az oxigén-

* Kémia Tanszék.

mentesítés nélküli meghatározás [2] pedig a kiértékelést bizonytalanná teszi, az AS oldatot széndioxidgázzal oxigénmentesítettük, melyet kristályos KHCO_3 formájában juttattuk a mérendő rendszerbe. Így a gázbevezető berendezés feleslegessé válik, a felszabaduló CO_2 gáz 1,0–1,5 perc alatt kipezseg az oldatból, kiűzve az oxigént az oldat feletti teret kitölti. A hozzáadott 30–50 mg mennyiség a nagy pufferekapitású oldat pH-ját nem befolyásolja. Az így kapott mérési eredmények, amint az 1. és 2. ábrákon látható, nem mutatnak eltérést a nitrogéngáz alkalmazásával kapott értékektől, pl. a citromlé mindkét mérése szerint 94 mg% AS-t tartalmaz.



1. ábra. Hitelesítési polarogramsorozat (1–7) és citromlé polarogramja (8), N_2 gázzal oxigénmentesítve



2. ábra. Hitelesítési polarogramsorozat (1–6) és a citromlé polarogramja (7) kristályos KHCO_3 -tal oxigénmentesítve

Meghatározás

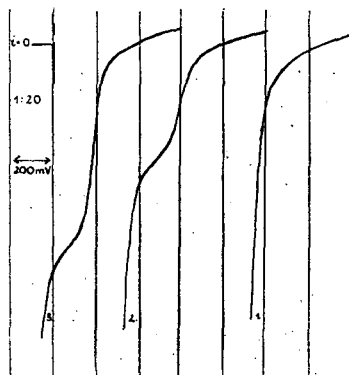
- a) Kalibrációs diagram készítése: először 4 ml pufferoldattal vettük fel a polarogramot, majd a 20 mg%-os AS oldatból a 0,5, 1,0, 1,5 ml stb. hozzáadásával is megismételtük a felvételeket. A kalibrációs diagram a polarog-

rafált oldatok lépcsőmagassága és mg%-ban kifejezett AS tartalma közötti összefüggést adja meg.

- b) Vizsgálandó anyag AS tartalmának meghatározása: először szintén 4 ml pufferoldat polarogramját vettük fel, majd az elkészített extraktum 0,1—0,5 ml-ét hozzáadva megismételtük a felvételt. A kalibrációs diagram alapján — az alap elektrolittal történt felhígítást figyelembe véve — számítjuk ki az extraktum koncentrációját. A kapott értékből adható meg a vizsgált minta AS tartalma mg%-ban, amelyet a szárazanyag-tartalom mg%-ában is kifejeztünk.

A módszer pontossága

A pontosság ellenőrzése AS addícióval történt. A párhuzamosan vizsgált minták egyikéhez homogenizálás előtt ismert mennyiségű AS-t adtunk. A meghatározás további részében teljesen azonosan, az előzőek szerint járunk el. A 3. ábrán látható polarogramok alapján két mérés között 3 mg%-os eltérés adódott.



Eredmények

Az egyes gyümölcs- és zöldségfélék esetében kapott eredményeket az 1. táblázat tartalmazza. A vizsgálatokat az őszi hónapokban végeztük.

3. ábra. Paradicsompaprika AS tartalmának mérése 4 ml puffer polarogramja (1), 0,1 ml extrakt polarogramja (2), 0,1 ml 100 mg % AS-val megnövelt extrakt polarogramja (3)

Értékelés

Különböző növényfélésegek AS tartalmát határoztuk meg polarográfián, amelyet a vizsgált mintákból kvarchomokkal történő homogenizálás után acétát-pufferrel vontuk ki. Az extraktum kis részletével felvettük a polarogramot acétát-

1. táblázat
L-AS tartalom gyümölcs- és zöldségfélésegekben polarográfián

Vizsgált minták	Aszkorbinsav-tartalom mg %	Szárazanyag-tartalom mg %	Aszkorbinsavtartalom a szárazanyagtartalom mg %-ában
Paradicsompaprika	422,0	8,79	4795,0
Paradicsompaprika kaliforniai fajta	315,0	8,57	3662,0
Citromlé	94,0	8,00	1175,0
Szőlő	2,3	17,89	12,85
Szilva	2,5	18,19	13,73
Feketeretek	54,0	8,30	650,6
Zellerlevél	2,4	12,22	19,64
Paradicsom	12,6	5,35	235,4
Paradicsomlé	4,0	3,5	114,3
Paradicsomlé (Lukullus)	2,8	4,0	70,0

puffer vezetőelektrolitban, kristályos KHCO_3 -ot alkalmazva oxigénmentesítésre. A kiértékelés kalibrációs diagram alapján történt. Tapasztalataink szerint az AS tartalom ily módon történő meghatározáshoz előkészítéssel együtt kb. fél óra szükséges. Több minta esetében ez az időtartam egy anyagra vonatkoztatva lényegesen lerövidül. Így a módszer, gyorsasága és elegendő pontossága alapján, növényi eredetű élelmiszeripari nyersanyagok és termékek AS tartalmának sorozatvizsgálatára alkalmas.

IRODALOM

1. Hasselbach, J.: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde, 38, 27, (1947).
2. Heyrovsky, J.: Polarographisches Praktikum. Springer-Verlag, Berlin, 1948.
3. Kern, D. M. N.: J. Am. Chem. Soc., 76, 1011, (1954).
4. Kodicek, E.—Wonig, K.: Nature, 142, 35, (1938).
5. Krjukova, T. A.—Szinjakova, Sz. I.—Arefjeva, T. V.: Polarographische Analyse. VEB. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1964.
6. Schwarz, K.: Z. Analyt. Chem., 11, 161, (1939).
7. Vavrin, Z.: Coll. Czech. Chem. Comm., 14, 367, (1949).
8. Wasa, T.—Takagi, M.—Ono, S.: Bull. Chem. Soc., Japan, 34, 518, (1961).
9. Zuman, P.: Coll. Czech. Chem. Comm., 16—17, 500'. (1951—52).

ПРИГОДНЫЙ МЕТОД ДЛЯ ПОЛАРОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В РАСТЕНИЯХ, КОТОРЫЙ УСПЕШНО ИСПОЛЬЗУЕТСЯ ПРИ СЕРИЙНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Těpěk Аммиланэ

Автор определила содержание аскорбиновой кислоты в различных растениях поларографическим способом. Поларограм был взят между $-0,3$ В и $+0,3$ В с маленьким отрывком из гомогенизата, приготовленного с помощью ацетатбуфера, исследуемого материала, в ацетатбуферном средстве с 4,7 рН с использованием донного электрода из ртути, дезоксидируя с газом CO_2 , освобождающегося из кристаллизованного KHCO_3 .

Оценка произошла по калибрационной диаграмме. Метод является из-за своей простоты и быстроты подходящим для серийных исследований.

A SUITABLE METHOD OF ROUTINE ANALYSIS FOR THE POLAROGRAPHIC DETERMINATION OF ASCORBIC ACID IN PLANTS

Ě. Těpěk

The ascorbic acid contents of various plants were determined by polarography.

The polarograms were recorded of an aliquot of the extract prepared with an acetate buffer from the homogenized material to be tested, in an acetate buffer at pH 4.7, between -0.3V and $+0.3\text{V}$, against a mercury pool electrode. The oxygen was removed by means of CO_2 gas released from crystalline KHCO_3 .

The measurements were evaluated from a calibration diagram.

Because of its simplicity and rapidity this method is suitable for routine analysis.

EIN FÜR REIHENANALYSEN GEEIGNETES VERFAHREN ZUR POLAROGRAPHISCHEN BESTIMMUNG DES L-ASCORBINSÄURE GEHALTES IN PFLANZEN

É. Török

Die Verfasserin bestimmte polarographisch den Gehalt verschiedener Pflanzen an Ascorbinsäure.

Die Polarogramme wurden mit kleinen Mengen des aus der zu untersuchenden, homogenisierten Materie mit Acetatpufferlösung bereiteten Extrakts, in Acetatpuffer medium von $\text{pH}=4,7$ zwischen $-0,3\text{V}$ und $+0,3\text{V}$ mit Hilfe einer Quecksilber-Bodenelektrode aufgenommen. Die Entfernung des Sauerstoffes geschah mit aus kristallinem KHCO_3 freigesetztem CO_2 Gas. Die Auswertung wurde auf Grund einer Eichkurve durchgeführt.

Diese Methode ist wegen ihrer Simplizität und Schnelligkeit für Reihenanalysen geeignet.